

木賊



圖 1 木賊外觀圖

- A. 木賊 B. 莖表面放大圖
C. 莖橫切面放大圖

1. 名稱

藥材正名：Equiseti Hiemalis Herba

中文名：木賊

漢語拼音名：Muzei

2. 來源

本品為木賊科植物木賊 *Equisetum hyemale* L. 的乾燥地上部分。夏、秋二季採割，除去雜質，曬乾或陰乾。

3. 性狀

本品呈長管狀，莖不分枝，多數被切成段，長短不一，長可至 60 cm，直徑 2-7 mm。表面灰綠色至黃綠色，具有 18-30 條縱稜，稜上有多數細小光亮的疣狀突起。節明顯，節間長 2.5-9 cm，節上著生鱗葉，葉鞘基部和鞘齒暗棕色，中部淡棕黃色，鞘齒狹長三角形，基部環繞莖形成鞘，多數情況下，葉鞘易脫落，只在節處有部分葉鞘殘留。質脆，體輕，易折斷，斷面中空，周邊有多數圓形的小空腔。氣微，味微甘，微澀，嚼之有沙粒感(圖 1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

橫切面

莖：表皮由 1 列細胞組成，外被角質層，表面有溝槽和稜脊。每個稜脊上有透明硅質疣狀突起 2 個，每個溝槽內有凹陷的氣孔 2 個。厚壁組織位於稜脊內側，成楔形深入皮層薄壁組織中。溝槽內的厚壁細胞 1-3 列。皮層由薄壁細胞組成，細胞呈類圓形或長柱狀。每個溝槽下方有 1 空腔。內皮層由 2 列細胞組成，外列呈波狀環形，內列呈圓環狀，均可見明顯凱氏點。維管束外韌型，位於 2 列內皮層之間，稜脊之下。維管束內側有 1 個中央內腔。髓部薄壁細胞位於內皮層內側，扁平皺縮(圖 2)。

金櫻子
Rosae Laevigatae Fructus

Gentianae Macrophyllae Radix
秦艽

覆盆子
Rubi Fructus

Buddlejæ Flos
密蒙花

皂角刺 Gleditsiæ Spina

Sennæ Folium
番瀉葉

Gleditsiæ Fructus Abnormalis

Celosiae Cristatae Flos
雞冠花

鬱金 Curcumæ Radix

豬牙皂

沙苑子 Astragali Complanati Semen

川楝子
Toosendan Fructus

Toosendan Fructus

Solidaginis Herba
一枝黃花

Cyathulæ Radix
川牛膝

木賊

粉末

綠色至綠棕色。表皮細胞呈延長的長方形，壁增厚，氣孔類圓形或橢圓形，直徑 70-85 μm ，保衛細胞具有多數增厚的條紋。內皮層細胞呈延長的長方形，壁略增厚。管胞主要為螺紋和梯紋。葉鞘表皮細胞棕色，呈延長的長方形，壁增厚(圖 3)。

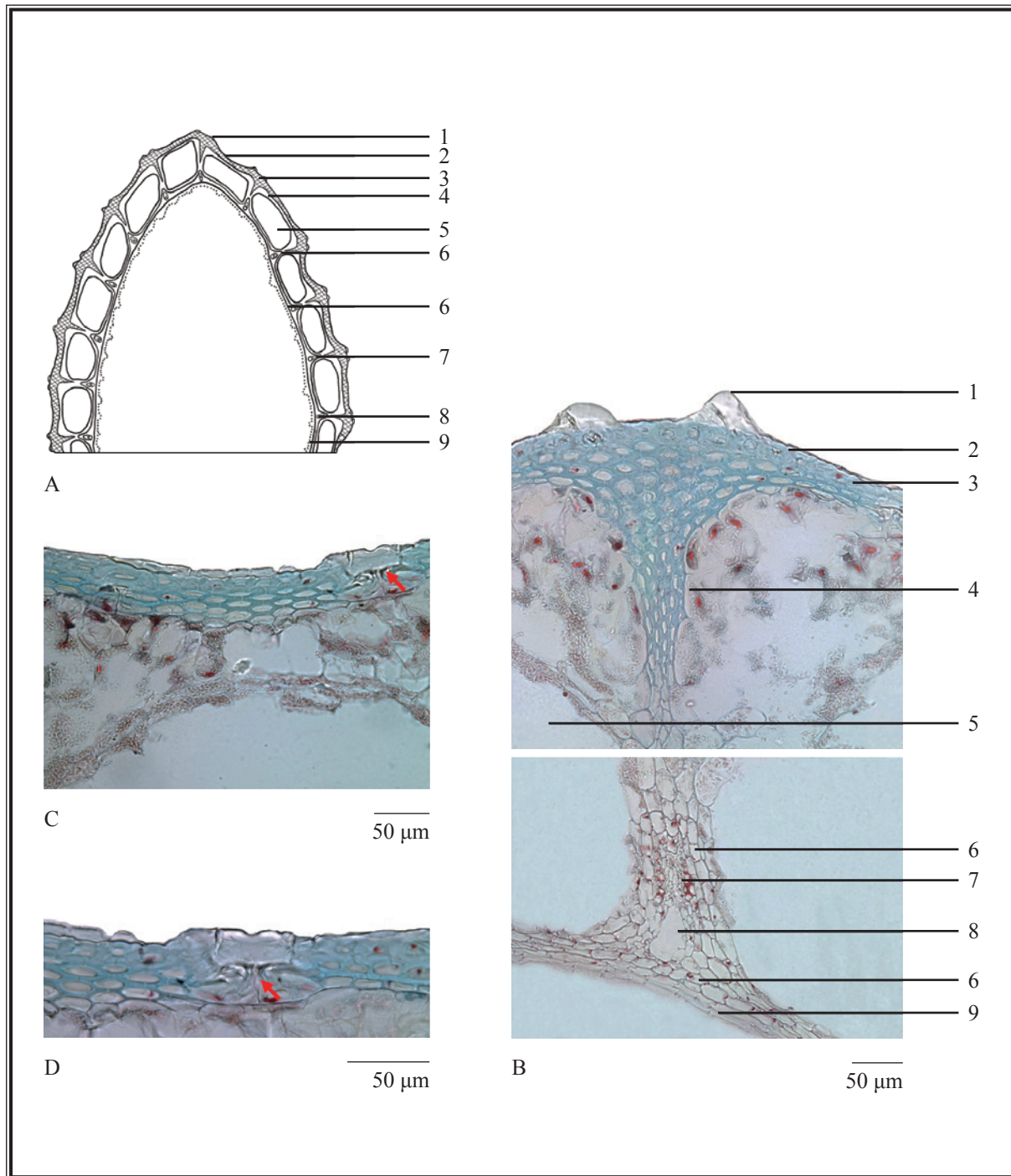


圖 2 木賊莖橫切面顯微特徵圖

A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 具有凹陷的氣孔橫切面圖 D. 凹陷的氣孔放大圖

- 1. 硅質突起 2. 表皮 3. 厚壁組織 4. 皮層 5. 空腔 6. 內皮層
- 7. 維管束 8. 維管束內側的中央空腔 9. 髓部薄壁細胞

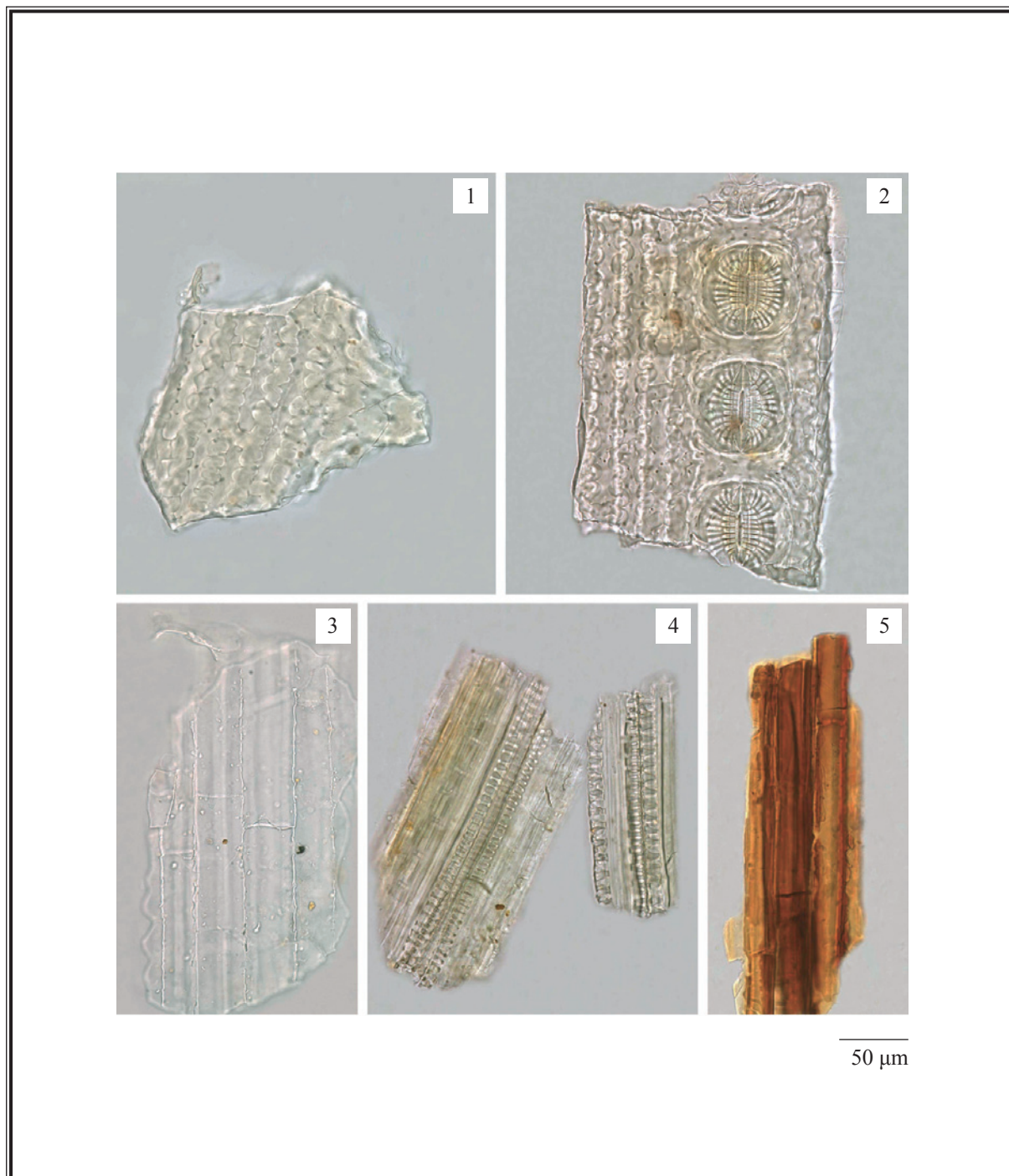


圖 3 木賊粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

- 1. 莖表皮細胞(表面觀)
- 2. 莖表皮細胞和凹陷的氣孔
- 3. 內皮層細胞
- 4. 管胞
- 5. 葉鞘表皮細胞

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV (A)]

對照品溶液

山柰酚 3- β - 槐糖苷對照品溶液

取山柰酚 3- β - 槐糖苷對照品 (圖 4) 1.0 mg，溶解於 0.5 mL 乙醇中。

展開劑

製備正丁醇 - 冰醋酸 - 水 (14:1:0.5, v/v) 的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g，置 50-mL 錐形瓶中，加 70% 乙醇 20 mL，超聲 (270 W) 處理 1 小時。濾過，取濾液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中，用旋轉蒸發器減壓蒸乾，殘渣溶於 2 mL 70% 乙醇，即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取山柰酚 3- β - 槐糖苷對照品溶液和供試品溶液各 1 μ L，點於同一高效硅膠 F₂₅₄ 薄層板上。用上述新製備的展開劑展開約 4 cm，取出，標記溶劑前沿，晾乾。在約 105°C 加熱，直至斑點或條帶清晰可見 (約 5 分鐘)。置紫外光 (254 nm) 下檢視，並計算 R_f 值。

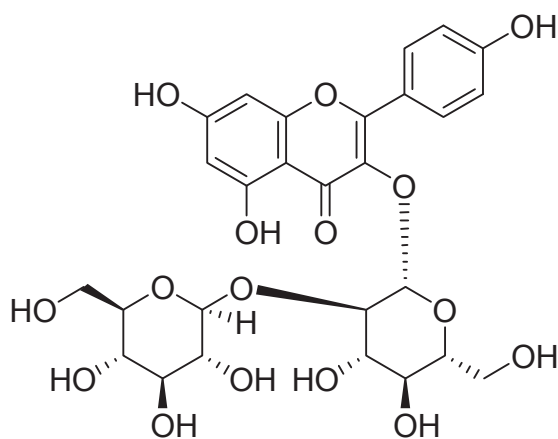


圖 4 山柰酚 3- β - 槐糖苷化學結構式

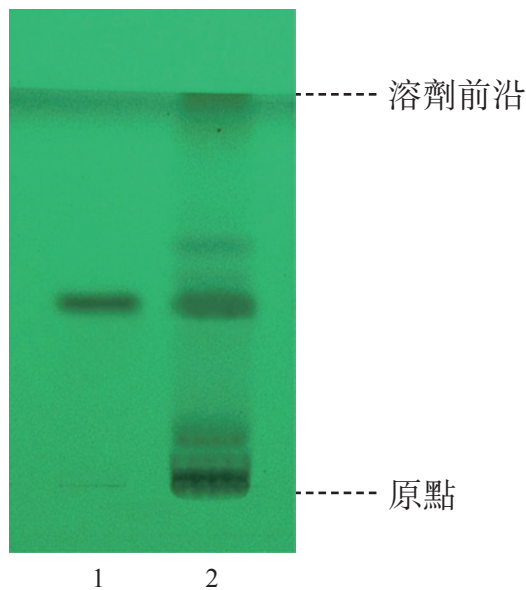


圖 5 木賊提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 山柰酚 3- β - 槐糖苷對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與山柰酚 3- β - 槐糖苷色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶(圖 5)。

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

山柰酚 3- β - 槐糖苷對照品溶液 Std-FP (20 mg/L)

取山柰酚 3- β - 槐糖苷對照品 0.2 mg，溶解於 10 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加水 10 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 5000 \times g)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加水至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 265 nm；4.6 \times 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m)填充柱；進柱管內徑約 0.5 mm；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 1)：

表 1 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.1% 三氟醋酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 – 40	90 → 70	10 → 30	綫性梯度

系統適用性要求

吸取山柰酚 3-β- 槐糖苷對照品溶液 Std-FP 10 μL，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：山柰酚 3-β- 槐糖苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；山柰酚 3-β- 槐糖苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按山柰酚 3-β- 槐糖苷峰計算應不低於 70000。

供試品測試中 3 號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5 (圖 6)。

操作程序

分別吸取山柰酚 3-β- 槐糖苷對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中山柰酚 3-β- 槐糖苷峰的保留時間，及供試品溶液色譜圖中 3 個特徵峰(圖 6)的保留時間。在相同液相色譜條件下，與相對照品溶液 Std-FP 色譜圖中山柰酚 3-β- 槐糖苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中山柰酚 3-β- 槐糖苷峰。二色譜圖中山柰酚 3-β- 槐糖苷峰的保留時間相差應不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

木賊提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 木賊提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍
1	0.48	± 0.03
2	0.60	± 0.03
3 (指標成份峰，山柰酚 3-β- 槐糖苷)	1.00	-

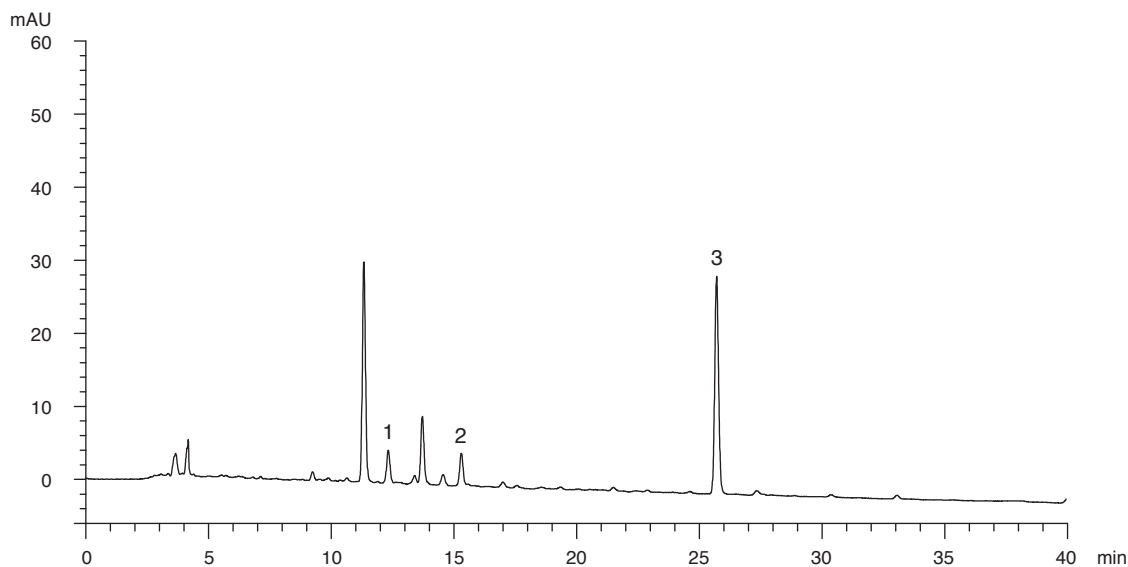


圖 6 木賊提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的 3 個特徵峰(圖 6)。

5. 檢查

5.1 重金屬(附錄 V)：應符合有關規定。

5.2 農藥殘留(附錄 VI)：應符合有關規定。

5.3 霉菌毒素(附錄 VII)：應符合有關規定。

5.4 二氧化硫殘留(附錄 XVII)：應符合有關規定。

5.5 雜質(附錄 VIII)：不多於 3.0%。

5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分：不多於 10.0%。

酸不溶性灰分：不多於 2.5%。

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法：不多於 13.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法)：不少於 9.0%。

醇溶性浸出物(冷浸法)：不少於 7.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV (B) 進行。

對照品溶液

山柰酚 3- β - 槐糖苷對照品儲備液 *Std-Stock* (200 mg/L)

精密稱取山柰酚 3- β - 槐糖苷對照品 5.0 mg，溶解於 25 mL 乙醇中。

山柰酚 3- β - 槐糖苷對照品溶液 *Std-AS*

精密吸取山柰酚 3- β - 槐糖苷對照品儲備液適量，以乙醇稀釋製成含山柰酚 3- β - 槐糖苷分別為 1、2、5、10、20 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.2 g，置 50-mL 離心管中，加水 10 mL，超聲(270 W)處理 30 分鐘，離心 5 分鐘(約 5000 \times g)。濾過，取濾液轉移於 25-mL 量瓶中，重複提取 1 次，合併濾液，加水至刻度，用 0.45- μ m 微孔濾膜(RC)濾過，即得。

色譜系統

液相色譜：二極管陣列檢測器，檢測波長 265 nm；4.6 \times 250 mm 十八烷基鍵合硅膠(5 μ m) 填充柱；進柱管內徑約 0.5 mm；流速約 1.0 mL/min。色譜洗脫程序如下(表 3)：

表 3 色譜洗脫條件

時間 (分鐘)	0.1% 三氟醋酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脫
0 - 40	90 \rightarrow 70	10 \rightarrow 30	綫性梯度

系統適用性要求

將山柰酚 3-β- 槐糖苷對照品溶液 Std-AS (5 mg/L) 10 μL，注入液相色譜儀，至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下：山柰酚 3-β- 槐糖苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%；山柰酚 3-β- 槐糖苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%；理論塔板數按山柰酚 3-β- 槐糖苷峰計算應不低於 70000。

供試品測試中山柰酚 3-β- 槐糖苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將山柰酚 3-β- 槐糖苷系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。以山柰酚 3-β- 槐糖苷的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5 點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液 10 μL，注入液相色譜儀，並記錄色譜圖。與山柰酚 3-β- 槐糖苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中山柰酚 3-β- 槐糖苷峰的保留時間比較，鑒定供試品溶液色譜圖中山柰酚 3-β- 槐糖苷峰。二色譜圖中山柰酚 3-β- 槐糖苷相應峰的保留時間相差應不大於 5.0%。測定峰面積，按附錄 IV (B) 公式計算供試品溶液中山柰酚 3-β- 槐糖苷的濃度 (mg/L)，並計算樣品中山柰酚 3-β- 槐糖苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算，本品含山柰酚 3-β- 槐糖苷 (C₂₇H₃₀O₁₆) 不少於 0.048%。